

(19) 日本国特許庁 (JP)

# 再公表特許 (A 1)

(11) 国際公開番号

WO 99 / 1 3 3 8 2

発行日 平成12年2月29日 (2000. 2. 29)

(43) 国際公開日 平成11年3月18日 (1999. 3. 18)

(51) Int. Cl. 7

識別記号

F I

G 0 3 G 9/08

審査請求 有 予備審査請求 未請求

(全 3 3 頁)

出願番号 特願平11-515363  
(21) 国際出願番号 PCT/JP98/04075  
(22) 国際出願日 平成10年9月10日 (1998. 9. 10)  
(31) 優先権主張番号 特願平9-245545  
(32) 優先日 平成9年9月10日 (1997. 9. 10)  
(33) 優先権主張国 日本 (J P)  
(81) 指定国 E P (A T, B E, C H, C Y, D E, D K, E S, F I, F R, G B, G R, I E, I T, L U, M C, N L, P T, S E), J P, K R, U S

(71) 出願人 株式会社日本触媒  
大阪府大阪市中央区高麗橋4丁目1番1号  
(72) 発明者 串野 光雄  
兵庫県川辺郡猪名川町若葉2丁目58-614  
(72) 発明者 松本 誠  
大阪府吹田市中の島町4-52  
(72) 発明者 吉年 孝司  
千葉県我孫子市白山2丁目2-18-402  
(74) 代理人 弁理士 八田 幹雄 (外3名)

(54) 【発明の名称】 フラッシュ定着トナーの製造方法およびその製造方法に用いるマスターバッチ

## (57) 【要約】

少なくとも結着樹脂、着色剤および赤外線吸収剤を含有するフラッシュ定着トナーの製造方法において、該トナー中に配合しようとする赤外線吸収剤の3～50重量倍の濃度の赤外線吸収剤を含むマスターバッチを、他のトナー成分と配合して所望濃度の赤外線吸収剤を含有するトナー組成物とし、得られたトナー組成物を熔融混練し、冷却後、粉碎することを特徴とするフラッシュ定着トナーの製造方法。

**【特許請求の範囲】**

1. 少なくとも結着樹脂、着色剤および赤外線吸収剤を含有するフラッシュ定着トナーの製造方法において、該トナー中に配合しようとする赤外線吸収剤の3～50重量倍の濃度の赤外線吸収剤を含むマスターバッチを、他のトナー成分と配合して所望濃度の赤外線吸収剤を含有するトナー組成物とし、得られたトナー組成物を熔融混練し、冷却後、粉碎することを特徴とするフラッシュ定着トナーの製造方法。
2. 前記赤外線吸収剤が、波長750nm～1100nmの範囲内に最大吸収波長を有する赤外線吸収剤である請求の範囲第1項に記載のフラッシュ定着トナーの製造方法。
3. 前記赤外線吸収剤が、トナー組成物全体の0.01重量%～5重量%の割合で配合されるものである請求の範囲第1項または第2項に記載のフラッシュ定着トナーの製造方法。
4. トナーに配合される樹脂成分に、赤外線吸収剤が溶解し、マスターバッチ総量の0.5～15重量%の濃度で存在していることを特徴とする赤外線吸収剤マスターバッチ。
5. トナーに配合される樹脂成分に、赤外線吸収剤が粒径0.5μm以下の粒子として分散し、マスターバッチ総量の0.5～35重量%の濃度で存在していることを特徴とする赤外線吸収剤マスターバッチ。

**【発明の詳細な説明】****フラッシュ定着トナーの製造方法および  
その製造方法に用いるマスターバッチ****発明の背景****技術分野**

本発明は、フラッシュ定着トナーの製造方法およびその製造方法に用いるマスターバッチに関する。詳しくは、赤外線吸収剤を含むフラッシュ定着トナーの製造技術に関するものである。

**背景技術**

電子写真方式における被印刷物への画像定着方式としては、従来主としてヒートロール方式が使用されている。しかしながら、この方式は、トナーにより画像形成された紙等の被印刷物を加熱ロール間に通して、トナーを被印刷物に熱圧着させるものであるため、定着部で目詰まりを起こしたり、画像が押しつぶされるため解像度が低下する、被印刷物の種類が限られる等の問題を有するものである。

フラッシュ定着方式は、非接触定着法的一种であって、上記したようなヒートロール方式における問題はなく優れた定着方式であるが、キセノンフラッシュランプの光、特に赤外光をトナー中の成分が吸収することで熔融し定着するものであるため、赤外光の吸収能を有しないまたは弱い色剤を多く用いるカラートナーでは、定着不良が生じる。

このような定着不良の問題を解決する方法として、特開昭63-161460号公報には、フラッシュ定着トナー中に波長800～1100nmに光吸収ピークを有する赤外線吸収剤を分散配合することが提案されている。

トナーの製造は、一般的に結着樹脂、着色剤、電荷制御剤等のトナー組成物をヘンシェルミキサー等の粉体混合機で予備混合を行い、その後2軸押出機等の混練装置に連続フィードし、熔融混練する事で、結着樹脂中に着色剤等の添加剤を分散させ、その混練物を粉碎、分級することで連続的に行われている。分散操作

による結着樹脂中への着色樹脂等の添加剤の分散度合い及び濃度の均一性は、ト

ナー物性に影響を及ぼす重要な要因である。

特に上記したような赤外線吸収剤を配合してなるフラッシュ定着トナーにおいて、トナー中の赤外線吸収剤の分散度及び濃度のばらつきは、トナーの定着性と直接結びつく要素であるため要求される分散度及び濃度の均一性は非常に高いものとなる。

しかし、赤外線吸収剤は、結着樹脂、着色剤等に比べその添加量が少ないため、トナーを製造するに際して予備混合を充分行っても、トナー製造時に連続的に溶融混練され押し出されてくるトナー組成物中における赤外線吸収剤濃度を一定にすることは非常に困難である。

さらにトナーの生産性も非常に重要なポイントとなるため、該混練時において2軸押出機等での溶融混練時間が限定され、赤外線吸収剤を微分散するには充分とは言えなくなるものである。

上述のように赤外線吸収剤の分散不良、濃度の不均一は、定着性不良の原因ともなるだけでなく、また赤外線吸収剤が局在するとフラッシュ光を吸収し局部的に過剰発熱が生じ易くトナー部分にボイド（白抜け）を生じることがある。さらに赤外線吸収性の問題のほか、赤外線吸収剤の化合物の構造及び官能基等から、トナーの帯電性への問題も生じるものである。

#### 発明の開示

上記の通りフラッシュ定着トナーについては、赤外線吸収剤を結着樹脂、着色剤、電荷制御剤等のトナー組成物に均一かつ微分散させる技術の開発が望まれている。

したがって、本発明は、改良されたフラッシュ定着トナーの製造方法を提供することを目的とする。本発明はまた、赤外線吸収剤を、結着樹脂、着色剤、電荷制御剤等のトナー組成物に均一かつ微分散させることのできるフラッシュ定着トナーの製造方法を提供することを目的とする。本発明はさらに、高い赤外線吸収能力を有しフラッシュ定着性が良好でかつ経済的にも安価なフラッシュ定着トナーを製造し得る製造方法を提供することを目的とするものである。

本発明者らは、上記諸目的を達成すべく鋭意研究を重ねた結果、フラッシュ定

着トナーに配合しようとする赤外線吸収剤の3～50倍の濃度の赤外線吸収剤を含むマスターバッチを予め調製し、このマスターバッチと、結着樹脂、着色剤等の他のトナー成分とを配合し、ついで予備混合し、2軸押出機に連続フィードしてトナーを製造することで、赤外線吸収剤が微分散され且つトナー粒子相互および各トナー粒子内部における赤外線吸収剤の濃度ないし分布が均一に保たれたトナーを得ることができることを見出し、発明を完成したものである。

すなわち、上記諸目的を達成する本発明は、少なくとも結着樹脂、着色剤および赤外線吸収剤を含有するフラッシュ定着トナーの製造方法において、該トナー中に配合しようとする赤外線吸収剤の3～50重量倍の濃度の赤外線吸収剤を含むマスターバッチを、他のトナー成分と配合して所望濃度の赤外線吸収剤を含有するトナー組成物とし、得られたトナー組成物を熔融混練し、冷却後、粉碎することを特徴とするフラッシュ定着トナーの製造方法である。

本発明はまた、前記赤外線吸収剤が、波長750nm～1100nmの範囲内に最大吸収波長を有する赤外線吸収剤である上記に記載のフラッシュ定着トナーの製造方法を示すものである。

本発明はさらに、前記赤外線吸収剤が、トナー組成物全体の0.01重量%～5重量%の割合で配合されるものである上記に記載のフラッシュ定着トナーの製造方法を示すものである。

上記諸目的はまた、トナーに配合される樹脂成分に、赤外線吸収剤が溶解し、マスターバッチ総量の0.5～15重量%の濃度で存在していることを特徴とするフラッシュ定着トナー用の赤外線吸収剤マスターバッチによって達成される。

上記諸目的はまた、トナーに配合される樹脂成分に、赤外線吸収剤が粒径0.5μm以下の粒子として分散し、マスターバッチ総量の0.5～35重量%の濃

度で存在していることを特徴とするフラッシュ定着トナー用の赤外線吸収剤マスターバッチによって達成される。

発明を実施するための最良の形態

以下、本発明を実施態様に基づきより詳細に説明する。

赤外線吸収剤

本発明に使用できる赤外線吸収剤は、赤外線を吸収しうるものであれば特に限定されるものではないが、フラッシュ定着における代表的な光源であるキセノンフラッシュランプの照射光（主に波長800nm～1100nmの近赤外光）を効率よく吸収して発熱するという観点から、最大吸収波長が750～1100nmの範囲内にあるものが好ましく、より好ましくは800～1100nmの範囲内にあるものである。

具体的には、シアニン化合物、ジイモニウム化合物、アミニウム化合物、Ni錯体化合物、フタロシアニン化合物、アントラキノン化合物、ナフタロシアニン化合物などが例示できる。

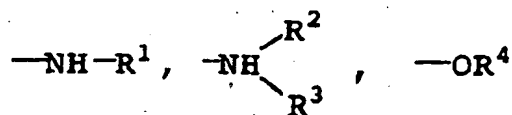
このような赤外線吸収剤としては、市販に入手可能なものとして、例えば、日本化薬製のKayasorb IR-750、IRG-002、IRG-003、IRG-022、IRG-023、IR-820、CY-2、CY-4、CY-9、CY-10、CY-17、CY-20など、およびビス（1，2-ジフェニレン-1，2-ジオクチル）ニッケルなどが例示できる。

さらに赤外線吸収剤は、後述するようにマスターバッチを調製した場合において、マトリックスとなる樹脂成分に対して溶解し得るないしは微分散化し得るものであることが、最終的にフラッシュ定着トナーとした場合において、トナー粒子相互および各トナー粒子中における赤外線吸収剤の濃度ないし分散分布の均一化を向上させることが期待できることから望ましい。また、トナーの結着樹脂中に赤外線吸収剤が溶解すると、結着樹脂中に配合された赤外線吸収剤が分子レベルで分散することとなるため、赤外線吸収剤の有する本来の能力を充分発現でき

わずかな添加量であっても、フラッシュ定着時における発熱作用によって結着樹脂を効果的に熔融することができるものとなる。

このような樹脂成分に対して溶解ないし微分散し得る赤外線吸収剤としては、マスターバッチに使用される樹脂成分の種類等によってその溶解性が左右されるため、一概には示しにくいところであるが、例えば、上記したような各種の化合物群において、溶解性を向上させるために以下に示すような官能基を導入してな

るものなどを例示することが可能である。

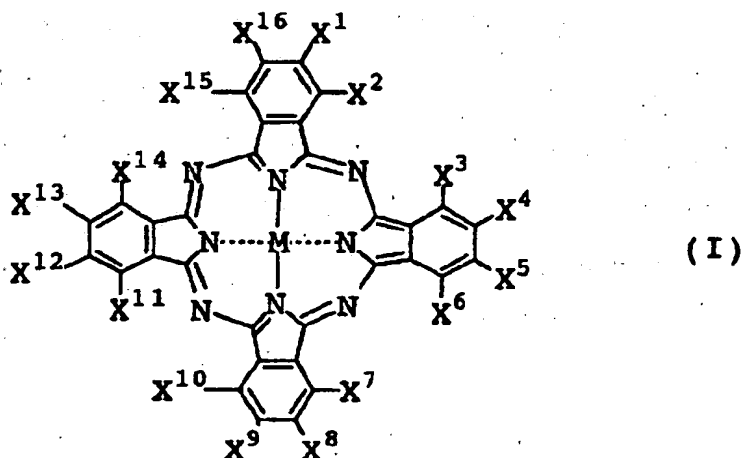


(式中、 $\text{R}^1 \sim \text{R}^4$ はそれぞれ独立して、 $\text{C}1 \sim \text{C}20$ のアルキル基、フェニル基、トリル基、キシル基、ナフチル基、エチルフェニル基、プロピルフェニル基、ブチルフェニル基、またはナフチル基である。)

上記に例示した市販に入手し得る赤外線吸収剤のうち、樹脂成分に対し溶解性ないし微分散性が優れるものとしては、K a y a s o r b I R G-002、I R G-003、C Y-10などが挙げられる。

さらに、本発明において用いることのできる赤外線吸収剤としては、下記一般式(I)で表されるものを特に好ましく例示できる。

このような一般式(I)で示されるフタロシアニン系化合物からなる赤外線吸収剤は、フラッシュ定着トナーの結着樹脂として用いられ得る樹脂に対して良好な相溶性を示し、樹脂中に溶解した状態ないしは微分散化することができる。



(但し、式中、置換基 $\text{X}^1 \sim \text{X}^{16}$ のうち少なくとも1つは $\text{NH}-\text{R}$ (但し、 $\text{R}$ は炭素数1~8のアルキル基、または置換基を有していても良いアリール基、好ましくは置換基を有していても良いフェニル基である。)であり、また、 $\text{M}$ は無金属、金属、金属酸化物、金属カルボニル、または金属ハロゲン化物である。)

一般式(I)で示される化合物における $\text{M}$ としての金属は、例えば、銅、亜鉛

、コバルト、ニッケル、鉄、バナジウム、チタン、インジウム、アルミニウム、錫、ガリウム、ゲルマニウム等が含まれ、金属のハロゲン化物は、フッ化物、塩化物、臭化物等である。中心原子ないし原子団Mとして、好ましくは、銅、亜鉛、コバルト、ニッケル、鉄、バナジウム、チタン、クロロインジウム、塩化スズ、塩化ガリウム、ジクロロゲルマニウム、ヨウ化インジウム、ヨウ化アルミニウム、ヨウ化ガリウム、コバルトカルボニル、または鉄カルボニルを有するものが望まれる。特にバナジウム、または塩化スズを有するものが望まれる。

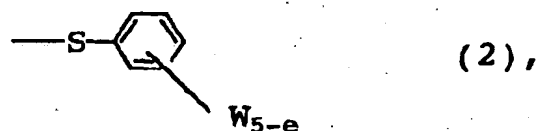
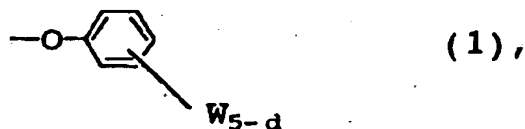
一般式 (I) において、フタロシアニン骨格の芳香族環中に  $X^1 \sim X^{16}$  で示した置換基として少なくとも1個、より好ましくは3個以上、特に好ましくは4～10個のNH-R基を有するのが良い。

具体的なNH-R置換基としては、例えば、メチルアミノ、エチルアミノ、p-プロピルアミノ、イソプロピルアミノ、n-ブチルアミノ、イソブチルアミノ、

tert-ブチルアミノ、n-ペンチルアミノ、n-オクチルアミノなどのアルキルアミノ基、あるいは、アニリノ、o-トルイジノ、p-トルイジノ、m-トルイジノ、2, 4-キシリジノ、2, 6-キシリジノ、2, 4-エチルアニリノ、2, 6-エチルアニリノ、o-メトキシアニリノ、p-メトキシアニリノ、m-メトキシアニリノ、o-エトキシアニリノ、p-エトキシアニリノ、m-エトキシアニリノ、2, 4-エトキシアニリノ、2, 6-エトキシアニリノ、o-フルオロアニリノ、p-フルオロアニリノ、テトラフルオロアニリノ、p-エトキシカルボニルアニリノなどのアリールアミノないし置換アリールアミノ基が挙げられる。

また一般式 (I) において、 $X^1 \sim X^{16}$  で示した置換基として、存在し得る他の置換基としては、水素原子、ハロゲン原子、





(但し式中、R<sup>1</sup>、R<sup>2</sup>は、それぞれ独立に、炭素原子数1～8のアルキル基を表し；Wは水素原子、炭素原子数1～4個のアルキル基、炭素原子数1～4個のアルコキシル基またはハロゲンを表し；d、eはそれぞれ独立に1～5の整数である。)で示されるものが含まれる。

ここにおいて、炭素原子数1～4のアルキル基とは、メチル基、エチル基、n-プロピル基、イソプロピル基、n-ブチル基、イソブチル基およびtert-ブチル基を意味する。また炭素原子数1～8のアルキル基とは、前記のアルキル基の他に、直鎖または分枝状のペンチル基、直鎖または分枝状のヘキシル基、直鎖ま

または分枝状のヘプチル基、直鎖または分枝状のオクチル基を含む。炭素原子数1～4個のアルコキシル基は、メトキシル基、エトキシル基、n-プロポキシル基、n-ブトキシル基、イソブトキシル基およびtert-ブトキシル基を意味する。炭素原子数1～4個のアシル基は、ホルミル基、アセチル基、プロピオニル基、ブチリル基、イソブチリル基を意味する。

また、他の置換基としてのハロゲン原子としては、例えば、フッ素原子、塩素原子、臭素原子、ヨウ素原子等が挙げられ、その中でフッ素原子、塩素原子が好ましく、特に好ましくはフッ素原子である。フッ素原子の置換基を有することにより溶解性の向上が期待できる。

他の置換基としての一般式(1)で表される置換基としては、具体的には、例えば、フェノキシ、o-メチルフェノキシ、o-メトキシフェノキシ、o-フルオロフェノキシ、テトラフルオロフェノキシ、p-メチルフェノキシ、

p-フルオロフェノキシなどが例示できる。

他の置換基としての一般式(2)で表される置換基としては、具体的には、例えば、フェニルチオ、o-メチルフェニルチオ、o-メトキシフェニルチオ、o-フルオロフェニルチオ、テトラフルオロフェニルチオ、p-メチルフェニルチオ、などが例示できる。

他の置換基としての一般式(3)で表される置換基としては、具体的には、例えば、メトキシ、エトキシ、p-プロピルオキシ、イソプロポキシ、n-ブトキシ、イソブトキシ、tert-ブトキシ、n-ペンチルオキシ、n-オクチルオキシなどが例示できる。

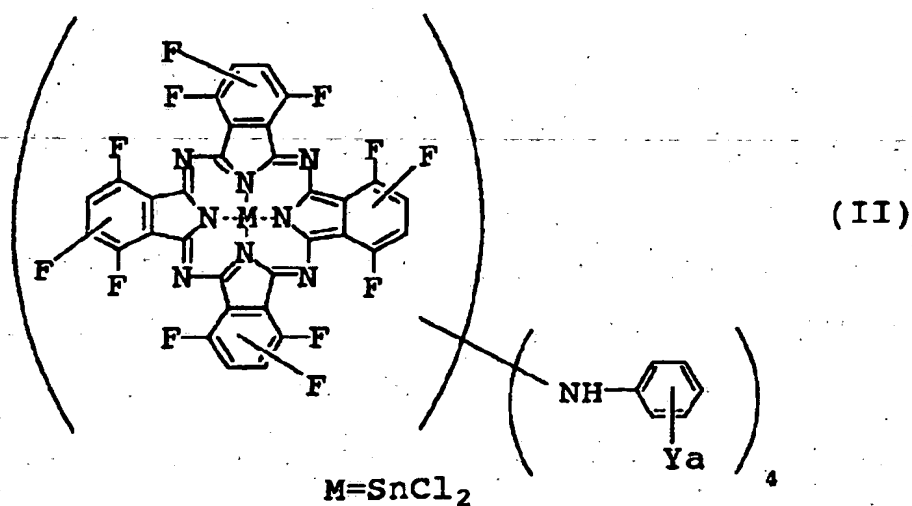
他の置換基としての一般式(4)で表される置換基としては、例えば、メチルチオ、エチルチオ、p-プロピルチオ、イソプロピルチオ、n-ブチルチオ、イソブチルチオ、tert-ブチルチオ、n-ペンチルチオ、n-オクチルチオなどが例示できる。

一般式(I)で表されるフタロシアニン系化合物は、前記したように、置換基

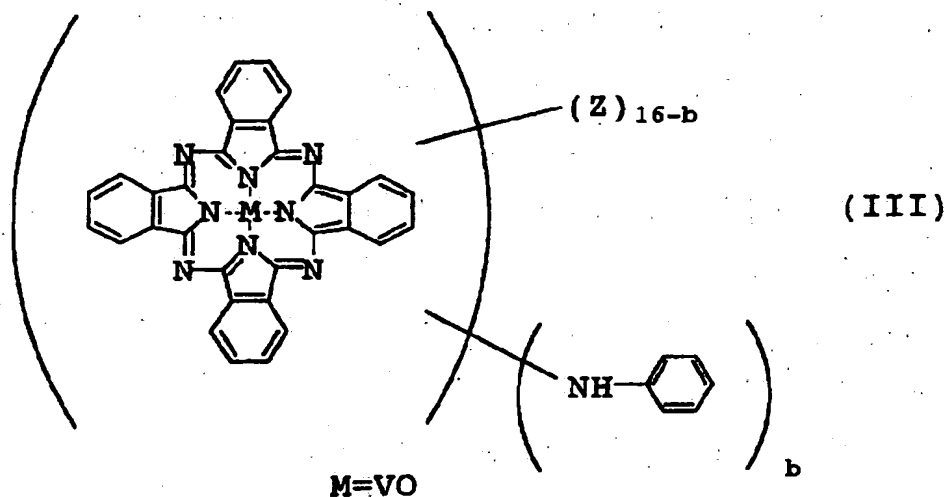
$X^1 \sim X^{16}$ のうち、少なくとも1つ、より好ましくは3個以上、特に好ましくは4~10個がNH-Rで表される置換基であるものであれば良いが、さらには一般式(I)においてMで表される中心原子ないし中心原子団が、バナジルまたは塩化スズであるものが好ましい。さらに好ましくは、NH-Rで表される置換基での置換位置以外の残位のすべてがフッ素原子あるいは上記一般式(1)、(2)、(3)または(4)で表される置換基を有するのが良い。NH-Rで表される置換基を有することにより、また更に中心金属MがVOあるいはSnCl<sub>2</sub>であることにより、フタロシアニン系化合物の結着樹脂に対する溶解性の向上および所望する750~1100nmの波長領域における最大吸収ピークが長波長側へのシフトが期待できるものであるが、これ以外の上記したような置換基のうち、特にフッ素原子あるいは上記一般式(1)、(2)、(3)または(4)で表される置換基を有することにより溶解性の向上あるいは最大吸収ピークの長波長側へのシフトが期待できるためである。しかしながら、もちろん、上記した置換基(水素原子を除く。)は、いずれも結着樹脂に対する溶解性の向上および/ま

たは所望する750～1100nmの波長領域における最大吸収ピークの長波長側へのシフトに寄与できるものである。

一般式(I)で表されるフタロシアニン系化合物としては、さらに以下に示される一般式(II)または(III)で表されるものが好ましい。この中で特に一般式(III)で表されるものが好ましい。



(但し、式中Yは炭素数1～4のアルキルまたはアルコキシ基であり、aは1または2である。)



(但し、式中Zは置換基を有していても良いフェニルチオ基、置換基を有していても良いフェノキシ基、炭素数1～8のアルコキシ基、炭素数1～8のアルキルチオ基またはフッ素原子、より好ましくはフッ素原子であり、bは6～10の

整数である。)

さらに一般式 (I) で表されるフタロシアニン系化合物をほんの一例ではあるが、好ましいものを具体的に例示すると、例えば、オクタキス (アニリノ) - オクタフルオロバナジルフタロシアニン、オクタキス (アニリノ) - オクタキス (フェニルチオ) バナジルフタロシアニン、4-テトラキス (アニリノ) - 3, 5, 6-ドデカフルオロ塩化スズフタロシアニン、4-テトラキス (o-エトキシアニリノ) - 3, 5, 6-ドデカフルオロ塩化スズフタロシアニン、4-テトラキス (2, 6-エチルアニリノ) - 3, 5, 6-ドデカフルオロ塩化スズフタロシアニン、4-テトラキス (2, 4-ジメトキシアニリノ) - 3, 5, 6-ドデカフルオロ塩化スズフタロシアニンなどが挙げられる。なお、これらの化合物の名称において、母体構造の置換位置番号の4、5位とは、一般式 (I) において、 $X^1$ 、 $X^4$ 、 $X^5$ 、 $X^8$ 、 $X^9$ 、 $X^{12}$ 、 $X^{13}$ 、 $X^{16}$ の置換基を示し、3、6位とは、一般式 (I) において、 $X^2$ 、 $X^6$ 、 $X^7$ 、 $X^{10}$ 、 $X^{11}$ 、 $X^{14}$ 、 $X^{15}$ の置換基を示すものである。

また、フラッシュ定着は、ヒートロール定着とは異なり、キセノンフラッシュランプの照射光を吸収発熱して定着するため、瞬時的に、 $300^{\circ}\text{C} \sim 600^{\circ}\text{C}$ 程度の温度に達する。このため赤外線吸収剤の熱分解開始温度つまり耐熱温度が低いものであると、分解ガスによる定着画像におけるボイド (白抜け) の発生原因となる虞れがある。従って本発明において使用される赤外線吸収剤の耐熱温度は、 $230^{\circ}\text{C}$ 以上であることが好ましく、より好ましくは $250^{\circ}\text{C}$ 以上、最も好ましくは $300^{\circ}\text{C}$ 以上である。

#### 赤外線吸収剤のマスターバッチ

本発明のフラッシュ定着トナーの製造方法においては、上記したような赤外線吸収剤をトナー組成物における一成分として配合する際に、マスターバッチとして使用するものである。

このようなマスターバッチは、そのマトリックスとして、フラッシュ定着トナーに配合される樹脂成分を用い、このマトリックス中に上記したような赤外線吸

収剤を均一に分散ないし溶解させたものである。

このようなマスターバッチ中における赤外線吸収剤の濃度は、使用される赤外線吸収剤および樹脂成分の種類およびその組合せによっても、その溶解性あるいは分散性が異なってくるため、それぞれの態様に応じてある程度の変動があるが、一般的には、赤外線吸収剤が、マスターバッチ総量に対して、0.5～35重量%、より好ましくは1～20重量%となることが望ましい。すなわち、マスターバッチ中の赤外線吸収剤の濃度が0.5重量%未満であると、樹脂マトリックス中にこのように低濃度で均一に分布させるために要する処理時間が長くなってしまい、一方、35重量%を超える場合は、濃度が高すぎてマトリックス中に全量を溶解させるないしは微分散化することが困難となるためである。

さらにマスターバッチにおいて樹脂マトリックス中に赤外線吸収剤が溶解した状態で存在する態様においては、その赤外線吸収剤の樹脂成分に対する溶解度による制限から、赤外線吸収剤が、マスターバッチ総量に対して、0.5～15重量%、より好ましくは1～10重量%となることが望ましい。

一方、本発明に係る赤外線吸収剤のマスターバッチにおいて、樹脂マトリックス中に赤外線吸収剤が分散した状態で存在する態様においては、前記した0.5～35重量%、より好ましくは1～20重量%の濃度で、当該赤外線吸収剤の分散粒子の粒子径が、0.5  $\mu\text{m}$ 以下、好ましくは0.3  $\mu\text{m}$ 以下、より好ましくは0.1  $\mu\text{m}$ 以下に微分散されていることが望ましい。

なお、赤外線吸収剤の種類によっては、最終的にフラッシュ定着トナーを製造する際のトナー組成物中における使用濃度、例えば0.01～5重量%程度の濃度ではトナー組成物の樹脂成分中に完全に溶解可能であるが、マスターバッチを調製した際に、それよりも高濃度、即ち飽和濃度を超える濃度となった場合には未溶解部分が樹脂マトリックス中に粒子状に残る場合がある。本発明に係る赤外線吸収剤マスターバッチとしては、このようにその配合量と溶解度との関係から、樹脂マトリックス中にその一部が溶解し、残部が未溶解粒子として分散している

状態のものも、特段問題なく使用することができ、上記したような分散タイプの

ものとして包含され得るものである。従って、この場合においても赤外線吸収剤が、マスターバッチ総量に対して0.5～35重量%、より好ましくは1～20重量%の濃度で、当該赤外線吸収剤の分散粒子、すなわち未溶解粒子の粒子径が、0.5  $\mu$ m以下、好ましくは0.3  $\mu$ m以下、より好ましくは0.1  $\mu$ m以下に微分散されていることが望ましい。

また、マスターバッチ中の赤外線吸収剤濃度は、フラッシュ定着トナー製造の面からは、トナー組成物中に添加される赤外線吸収剤の3～50倍の濃度が好ましく、より好ましくは、3～30倍の濃度である。すなわち、マスターバッチ中の赤外線吸収剤濃度は、添加される赤外線吸収剤の3倍未満であるとマスターバッチ量が多くなり、マスターバッチの生産、ひいてはトナーの製造に時間がかかり、またトナーがコスト高になり好ましくない。添加される赤外線吸収剤の50倍を超える場合は、赤外線吸収剤濃度が高くなりすぎ、トナー組成物に配合する上でマスターバッチを用いても、得られるトナーにおける赤外線吸収剤の分散不良、濃度の不均一性を十分に改善できない虞れがあるためである。

本発明に係る赤外線吸収剤のマスターバッチのマトリックスとなる樹脂成分としては、得ようとするフラッシュ定着トナーにおいて配合可能なもので、かつその配合量が少なくとも赤外線吸収剤の配合量よりも多いものであれば特に限定されない。このような樹脂成分として、最も代表的かつ好ましいものは、トナーの主成分である結着樹脂として機能する樹脂であるが、これ以外にも、例えば、トナー中に配合されるワックス、荷電調整用の樹脂、その他、結着樹脂の特性改善のために添加される樹脂などを例示できる。さらに、結着樹脂の特性を改善するものではなくともその特性を大きく低下させるものでない限り結着樹脂に対して相溶性ないしは易分散性を有する樹脂をマスターバッチのマトリックスとして使用することが可能である。

赤外線吸収剤のマスターバッチのマトリックスとして使用できる樹脂として具体例を挙げると、何ら限定されるものではないが、例えば、ポリスチレン系、スチレンと（メタ）アクリル酸エステル、アクリロニトリルあるいはマレイン酸エステルとのスチレンを含む共重合体系、ポリ（メタ）アクリル酸エステル系、ポ

リエステル系、ポリアミド系、エポキシ系、フェノール系、炭化水素系、石油系等の樹脂、ロジン、変性ロジン、テルペン樹脂、ピネン樹脂などが例示でき、これらの樹脂は単独であるいは複数組み合わせる用いることができる。これらの樹脂のうち、好ましくは、最終的に製造しようとするフラッシュ定着トナーの結着樹脂としてトナー組成物中に配合される樹脂と同一のものであり、特に、後述するようにフラッシュ定着トナーの結着樹脂としても好ましい、ポリエステル樹脂、あるいはビスフェノールA/エピクロロヒドリン等のエポキシ樹脂が望ましい。

このような赤外線吸収剤を含むマスターバッチの製造方法としては、種々の方法を採用し得る。以下にその態様をいくつか例示するが、本発明の趣旨に反しない限り、以下の記載される方法に限定されるものではない。

例えば、赤外線吸収剤と樹脂成分とを、2軸押出機、3本ロール、ニーダー、バンバリミキサーなど熔融混練機で熔融混練する方法、赤外線吸収剤を予め溶剤などに溶解し樹脂成分に添加して前記熔融混練機で熔融混練しながら溶剤を除去する方法、または赤外線吸収剤を予め溶剤にサンドミル、コロイドミル、ボールミルなどの湿式分散機で微分散した後、樹脂成分に添加して前記熔融混練機で熔融混練しながら溶剤を除去する方法等を挙げることができる。なお、前記熔融混練機で熔融混練する際の樹脂成分の粘度が $10^3\text{P} \sim 10^5\text{P}$ （ポイズ）、好ましくは $3 \times 10^3\text{P} \sim 4 \times 10^4\text{P}$ の範囲が好ましい。

また、マスターバッチは上記したような熔融混練による方法のみならず、重合法によって調製することも可能である。すなわち、重合により所望の樹脂成分を形成する重合性単量体を赤外線吸収剤の存在下に重合させるものである。このような重合法によるマスターバッチの製造は、重合により得られる樹脂成分中に赤外線吸収剤が溶解ないしは微分散し均一分布した状態となる限り、例えば、溶液

重合、塊状重合、懸濁重合法、乳化重合法、分散重合法等の各種の重合方法に基づき行うことができるが、重合物を微粒子の形態で得ることのできる懸濁重合、乳化重合、および分散重合法等が特に望ましい。

懸濁重合、乳化重合および分散重合法において使用できる重合性単量体として

は、特に限定されるわけではなく、例えば、スチレン、*o*-メチルスチレン、*m*-メチルスチレン、*p*-メチルスチレン、 $\alpha$ -メチルスチレン、*p*-メトキシスチレン、*p*-*tert*-ブチルスチレン、*p*-フェニルスチレン、*o*-クロロスチレン、*m*-クロロスチレン、*p*-クロロチレン等のスチレン系単量体；アクリル酸メチル、アクリル酸エチル、アクリル酸*n*-ブチル、アクリル酸イソブチル、アクリル酸ドデシル、アクリル酸ステアシル、アクリル酸2-エチルヘキシル、アクリル酸テトラヒドロフルフリル、メタクリル酸メチル、メタクリル酸エチル、メタクリル酸プロピル、メタクリル酸*n*-ブチル、メタクリル酸イソブチル、メタクリル酸*n*-オクチル、メタクリル酸ドデシル、メタクリル酸2-エチルヘキシル、メタクリル酸ステアシル等の（メタ）アクリル酸エステル系単量体；エチレン、プロピレン、ブチレン等のオレフィン系単量体、その他、アクリル酸、メタクリル酸、塩化ビニル、酢酸ビニル、アクリロニトリル、アクリルアミド、メタクリルアミド、*N*-ビニルピロリドン等の各種ビニル系重合体を単独でまたは2種以上組合せて用いることが可能である。

懸濁重合、分散重合及び乳化重合において用いられる分散剤あるいは乳化剤としては、ポリビニルアルコール、ゼラチン、トラガント、デンプン、メチルセルロース、カルボキシメチルセルロース、ヒドロキシエチルセルロース、ポリアクリル酸ナトリウム、ポリメタクリル酸ナトリウム、ポリビニルピロリドン等の高分子分散剤、ドデシルベンゼンスルホン酸ナトリウム、テトラデシル硫酸ナトリウム、ペンタデシル硫酸ナトリウム、オクチル硫酸ナトリウム、アリル-アルキル-ポリエーテルスルホン酸ナトリウム、オレイン酸ナトリウム、ラウリル酸ナトリウム、カプリル酸ナトリウム、カプロン酸ナトリウム、ステアリン酸ナトリウム、オレイン酸カリウム、3, 3'-ジスルホンジフェニル尿素-4, 4'-ジアゾ-ビス-アミノ-8-ナフトール-6-スルホン酸ナトリウム、オルト-カルボキシベンゼン-アゾ-ジメチルアニリン、2, 2', 5, 5'-テトラメチル-トリフェニルメタン-1, 1'-ジアゾ-ビス- $\beta$ -ナフトール-ジスルホン酸ナトリウム、アルキルナフタレンスルホン酸ナトリウム、ジアルキルスルホコハク酸ナトリウム、アルキルジフェニルエーテルジスルホン酸ナトリウム、



ポリオキシエチレンアルキル硫酸ナトリウム、ポリオキシエチレンアルキルエーテル硫酸トリエタノールアミン、ポリオキシエチレンアルキルフェニルエーテル硫酸アンモニウム、アルキルスルホン酸ナトリウム、 $\beta$ -ナフタレンスルホン酸ホルマリン縮合物のナトリウム塩、特殊芳香族スルホン酸ホルマリン縮合物のナトリウム塩、特殊カルボン酸型高分子界面活性剤、ポリオキシエチレンラルリルエーテル、ポリオキシエチレンセチルエーテル、ポリオキシエチレンステアリルエーテル、ポリオキシエチレンオクチルフェニルエーテル、ポリオキシエチレンノニルフェニルエーテル、ポリオキシエチレンソルビタンアルキレート、ラウリルトリメチルアンモニウムクロライド、ステアリルトリメチルアンモニウムクロライド、セチルトリメチルアンモニウムクロライド、ジステアリルジメチルアンモニウムクロライド、アルキルベンジルジメチルアンモニウム等の界面活性剤、その他アルギン酸塩、ゼイン、カゼイン、硫酸バリウム、硫酸カルシウム、炭酸バリウム、炭酸マグネシウム、リン酸カルシウム、タルク、粘土、ケイソウ土、ベントナイト、水酸化チタン、水酸化トリウム、金属酸化物粉末等が挙げられる。

また通常懸濁重合、分散重合に用いられる重合開始剤としては、油溶性の過酸化物系あるいはアゾ系開始剤が利用できる。一例を挙げると、例えば、過酸化ベンゾイル、過酸化ラウロイル、過酸化オクタノイル、オルソクロロ過酸化ベンゾイル、オルソメトキシ過酸化ベンゾイル、メチルエチルケトンパーオキシサイド、ジイソプロピルパーオキシジカーボネート、キュメンハイドロパーオキシサイド、シクロヘキサノンパーオキシサイド、*t*-ブチルハイドロパーオキシサイド、ジイソ

プロピルベンゼンハイドロパーオキシサイド等の過酸化物系開始剤、2, 2'-アゾビスイソブチロニトリル、2, 2'-アゾビス(2, 4-ジメチルバレロニトリル)、2, 2'-アゾビス(2, 3-ジメチルブチロニトリル)、2, 2'-アゾビス(2-メメチルブチロニトリル)、2, 2'-アゾビス(2, 3, 3-トリメチルブチロニトリル)、2, 2'-アゾビス(2-イソプロピルブチロニトリル)、1, 1'-アゾビス(シクロヘキサノ-1-カルボニトリル)、2, 2'-アゾビス(4-メチキシ-2, 4-ジメチルバレロニトリル)、2-(カ

ルバモイルアゾ) イソブチロニトリル、4, 4'-アゾビス(4-シアノバレリン酸)、ジメチルー2, 2'-アゾビスイソブチレート等がある。乳化重合に用いられる水溶性の開始剤としては、例えば、過硫酸ナトリウム、過硫酸カリウム、過硫酸アンモニウム等の過硫酸塩類、ターシャリイソブチルヒドロパーオキシド、クメンヒドロパーオキシド、パラメンタンヒドロパーオキシドなどの有機過酸化物類、過酸化水素等が挙げられる。このような重合開始剤は、重合性単量体に対して、0.01~20重量%、特に、0.1~10重量%使用されるのが好ましい。

このような重合法によるマスターバッチの製造における、赤外線吸収剤の重合性単量体組成物中への添加時期及び添加方法は特に限定されず、また赤外線吸収剤の重合性単量体中への分散ないし溶解方法としても特に限定されるものではないが、得られる重合体内に均一に存在させ、且つその存在状態が溶解状態ないしは微分散状態となるような手法を選択することが望ましい。

具体的には、例えば、重合系における重合性単量体組成物の調製工程、重合性単量体組成物の分散媒に対する分散工程、および重合性単量体組成物の重合反応工程、さらには凝集処理を行う場合にあっては、当該処理工程のいずれにおいても行うことができる。

なお、赤外線吸収剤を重合性単量体組成物に溶解するためには、例えば、赤外線吸収剤を重合性単量体に溶解する最も単純な方法、あるいは重合性単量体に溶

解する樹脂等に赤外線吸収剤を溶融混練等で溶解する方法等がある。重合性単量体に溶解する樹脂に赤外線吸収剤を溶融混練しておき、この赤外線吸収剤を含有する樹脂を重合性単量体に添加溶解すると、本来的には重合性単量体に対し溶解性を有しないないしは溶解性の低い赤外線吸収剤が、前記樹脂が界面活性的な作用を発揮することで、重合性単量体中に溶解することができるものである。

さらに赤外線吸収剤の分散方法としても、各種の態様を取ることができ、具体例として、重合系ないしは凝集処理系において用いられる重合性単量体、溶剤、水系媒体、樹脂等に赤外線吸収剤を微分散させ添加する方法が挙げられる。なお、このうち、樹脂は、重合性単量体組成物を重合させた結果得られる重合体を意

味するものではなく、このような重合性単量体組成物中に添加され得る重合性単量体組成物に溶解可能な樹脂、あるいは重合系に用いられる溶剤に添加され溶解可能な樹脂等を意味する物である。

重合性単量体、溶剤等の液状物への赤外線吸収剤の微分散方法は、例えば、ホモミキサー、バイオミキサー、エバラマイルダー等の高速剪断型分散機、コロイドミル、ホモミックラインミル等の摩砕型の分散機、ボールミル、サイドグラインドミル、パールミル、アトライター等のメディアミル等を用いる方法が例示できる。

また樹脂等への分散方法は、例えば、ロールミル、ニーダー、加圧ニーダー、バンバリミキサー、ラボプラスミル、1軸あるいは2軸の混練押出機等を用い、樹脂等と赤外線吸収剤を熔融混練し、樹脂等の固形状物に赤外線吸収剤を微分散する方法が例示できる。

赤外線吸収剤の微分散処理の程度は、赤外線吸収剤を添加して分散処理を行う重合性単量体、溶剤、水系媒体、樹脂等の種類によっても左右されるが、例えば、分散された赤外線吸収剤の粒径が $0.5\mu\text{m}$ 程度以下、より好ましくは $0.01\sim 0.3\mu\text{m}$ 程度とすることが望ましい。

本発明に係る赤外線吸収剤のマスターバッチは、前記したように、トナー中に

配合される樹脂成分をマトリックスとして、このマトリックス中に上記したような赤外線吸収剤が、溶解ないし微分散化されたものであるが、このマスターバッチ中には、最終的な製造しようとするフラッシュ定着トナー中に赤外線吸収剤と同様に微量配合されるその他の添加剤、例えば、ワックス成分、電荷制御剤等を配合しておくことも可能である。

またマスターバッチの形態としても、特に限定されるものではなく、塊状、粉末状、鱗片状、ペレット状等任意の形態を取り得るが、好ましくは粉末状、ペレット状などである。

#### 結着用樹脂

次に、本発明のフラッシュ定着トナーの製造方法において用いられる赤外線吸収剤以外の成分について例示する。

結着用樹脂としては、特に限定されるものではなく、例えば、ポリスチレン系、スチレンと（メタ）アクリル酸エステル、アクリロニトリルあるいはマレイン酸エステルとのスチレンを含む共重合体系、ポリ（メタ）アクリル酸エステル系、ポリエステル系、ポリアミド系、エポキシ系、フェノール系、炭化水素系、石油系等の樹脂が挙げられるが、好ましくは、ポリエステル樹脂、あるいはビスフェノールA／エピクロロヒドリン等のエポキシ樹脂が挙げられる。これらの樹脂は、単独であるいは複数組み合わせる用いることができるが、更に他の樹脂や添加剤を併用することもできる。

### 着色剤

また着色剤としては、従来公知のものがいずれも使用でき、例えば、カーボンブラック、ファーネスブラック、アセチレンブラック等の黒色着色剤、黄鉛、カドミウムエロー、黄色酸化鉄、チタン黄、クロムエロー、ナフトールエロー、ハンザエロー、ピグメントエロー、ベンジジンエロー、パーマネントエロー、キノリンエローレーキ、アンスラピリミジンエロー等の黄色着色剤、パーマネントオレンジ、モリブデンオレンジ、バルカンファーストオレンジ、ベンジンオレンジ、

インダンスレンブリリアントオレンジ等の橙色着色剤、酸化鉄、アンバー、パーマネントブラウン等の褐色着色剤、ベンガラ、ローズベンガラ、アンチモン末、パーマネントレッド、ファイヤーレッド、ブリリアントカーミン、ライトファストレッドトナー、パーマネントカーミン、ピラゾロンレッド、ボルドー、ヘリオボルドー、ローダミンレーキ、デュポンオイルレッド、チオインジゴレッド、チオインジゴマルーン、ウォッチングレッドストロンチウム等の赤色着色剤、コバルト紫、ファーストバイオレット、ジオキサバイオレット、メチルバイオレットレーキ等の紫色着色剤、メチレンブルー、アニリンブルー、コバルトブルー、セルリアンブルー、カルコオイルブルー、無金属フタロシアニンブルー、フタロシアニンブルー、ウルトラマリンブルー、インダンスレンブルー、インジゴ等の青色着色剤、クロムグリーン、コバルトグリーン、ピグメントグリーンB、グリーンゴールド、フタロシアニングリーン、マラカイトグリーンオクサレート、

ポリクロムブロム銅フタロシアニン等の緑色着色剤などの顔料または染料を例示することができ、これらの顔料または染料は単独あるいは複数組み合わせる用いることができる。

なお、本発明のフラッシュ定着トナーは、赤外線吸収剤の添加によるフラッシュ定着性の改良を図ったものであるため、特に、黒色以外の着色剤を用いたカラートナーの場合に効果が大きいものである。

これらの着色剤は、特に限定されるものではないが、トナー組成物中において結着用樹脂100重量部に対し、3～15重量部配合されるものであることが好ましい。

#### その他の添加剤

本発明のフラッシュ定着トナーには、さらに必要に応じてワックス成分、電荷制御剤、流動化剤等の添加剤を配合することが可能である。

ワックス成分としては、ポリオレフィン系ワックスおよび天然ワックス等が用いられ得る。ポリオレフィン系ワックスとしては、ポリエチレン、ポリプロピレン

ポリブチレン、エチレン-プロピレン共重合体、エチレン-ブテン共重合体、エチレン-ペンテン共重合体、エチレン-3-メチル-1-ブテン共重合体、あるいはオレフィンとその他の単量体、例えばビニルエステル類、ハロオレフィン類、(メタ)アクリル酸エステル類、(メタ)アクリル酸ないしその誘導体等、との共重合体などが挙げられるが、その重量平均分子量が1000～45000程度のものであることが望ましい。また、天然ワックスとしては、カルバナロウ、モンタンロウ、天然パラフィン等が例示できる。

電荷制御剤としては、例えば、ニグロシン、モノアゾ染料、亜鉛、ヘキサデシルサクシネート、ナフトエ酸のアルキルエステルまたはアルキルアミド、ニトロフミン酸、N,N-テトラメチルジアミンベンゾフェノン、N,N-テトラメチルベンジジン、トリアジン、サリチル酸金属錯体等が例示できる。本発明のフラッシュ定着トナーにおいて使用される着色剤が黒色以外のものであるカラートナーの形態においては、荷電制御剤としては無色ないし淡色のものが好ましい。

また、流動化剤としては、例えば、コロイダルシリカ、疎水性シリカ、疎水性チタニア、疎水性ジルコニア、タルク等の無機微粒子、その他、ポリスチレンビーズ、(メタ)アクリル樹脂ビーズ等の有機微粒子などが用いられ得る。

#### フラッシュ定着トナーの製造方法

本発明に係るフラッシュ定着トナーの製造方法は、トナー組成物中に赤外線吸収剤を配合しようとする際に、上記したような赤外線吸収剤のマスターバッチを用いることを特徴とするものである。すなわち、該トナー中に配合しようとする赤外線吸収剤の3～50重量倍の濃度の赤外線吸収剤を含むマスターバッチを、それぞれ所定量とされた前記したような結着樹脂、着色剤およびその他必要に応じて配合される添加剤と配合して所望濃度の赤外線吸収剤を含有するトナー組成物とし、得られたトナー組成物を熔融混練し、冷却後、粉碎し、さらに必要に応じて分級してトナーを製造するものである。なお、前記トナー組成物における各成分の配合量は、前記マスターバッチがそのマトリックスとして樹脂成分を有する

ものであるため、当該樹脂成分がトナー中に配合された場合にどのような機能を発揮するものであるかを考慮して調整すべきである。例えば、当該樹脂成分が結着樹脂として機能する場合には、トナー組成物中における結着樹脂の総量は、当然にこのマスターバッチの樹脂分量と、別途結着樹脂として添加される樹脂の量を合算したものとなる。

本発明の製造方法において、上記したようなトナー組成物を熔融混練する際に用いられる装置としては、最終的に得られる結着用樹脂中に赤外線吸収剤が溶解したないしは微分散状態、好ましくは $0.5\mu\text{m}$ 以下、好ましくは $0.3\mu\text{m}$ 以下、より好ましくは $0.1\mu\text{m}$ 以下に微分散した状態で存在し、かつトナー粒子相互および各トナー粒子内部における赤外線吸収剤の濃度分布が均一なものが得られる限り、特に限定されるものではない。例えば、ロールミル、ニーダー、加圧ニーダー、バンバリミキサー、ラボプラスミル、1軸あるいは2軸の混練押出機等を用いることができる。また、このような熔融混練に先立ち、必要に応じてベンシエルミキサー、スーパーミキサー、Vブレンダー、タンブルブレンダー等を用いて予備混合する工程を設けることも可能である。なお、熔融混練する際の

トナー組成物の粘度は、 $10^3\text{P} \sim 10^5\text{P}$ （ポイズ）、好ましくは $3 \times 10^3\text{P} \sim 4 \times 10^4\text{P}$ の範囲が好ましい。

本発明の製造方法においては、上記したように赤外線吸収剤としてそのマスターバッチを使用するものであるために、比較的短時間の混練処理、ないしは連続的生産における混練処理によっても、混練されたトナー組成物中において赤外線吸収剤の均一な濃度分布ないし分散分布が達成される。

#### フラッシュ定着トナーの形状および用途

このような本発明に係るフラッシュ定着トナーの製造方法により製造されるフラッシュ定着トナーは、電子写真法において目的とされる解像度等によっても左右されるが、体積平均粒子径が例えば、 $3 \sim 15 \mu\text{m}$ 、好ましくは、 $5 \sim 15 \mu\text{m}$ 、より好ましくは、 $5 \sim 10 \mu\text{m}$ 程度のものとされる。

トナーの体積平均粒子径が $15 \mu\text{m}$ を越えるものである場合、トナーの粒子径が大きく十分な解像度の画像が得られない。逆に $3 \mu\text{m}$ 未満の場合には得られる画像の解像度は高いが、流動性が低いため画像が安定せず、カブリ、クリーニング不良の原因ともなる。

本発明に係るフラッシュ定着電子写真トナーの定着には、キセノンフラッシュランプを用い、キセノンフラッシュランプの電気入力エネルギーは単位面積当たり $1.6 \sim 3 \text{ J/cm}^2$ で定着することが好ましい。その定着度が70%以上であると使用に際し問題を生じないが、70%以下の場合、摩擦力などで脱離が生じ接触した他の物を汚染する等の問題を生じる。

本発明のフラッシュ定着トナーは、例えば、バーコード印刷、ラベル印刷、タグ印刷、カールソン方式あるいはイオンフロー方式等のプリンターおよびコピー等の各種の用途に好適に使用できるものであり、特にカラー化した実施形態においても安価にて良好なフラッシュ定着性を発揮する製品を提供できるために、これらの用途における画像のカラー化の要望に容易に対応できるものである。

#### 実施例

以下本発明を実施例に基づきより具体的に説明するが、本発明はこれらの実施例に何ら限定されるものではない。なお、以下において、「%」および「部」は

特に断らない限り重量によるものである。

#### 実施例 1

ポリエステル樹脂（タフトンNE1110、花王製）を100部、赤外線吸収剤（オクタキス（アニリノ）ーオクタキス（フェニルチオ）バナジルフタロシアニン）を3部の割合でなる赤外線吸収剤マスターバッチ組成物10kgをヘンシェルミキサーで充分混合した後、MS式加圧ニーダー（モリヤマ製）を用い100℃で30分間熔融混練した。次いで該混練物を冷却後、粗粉碎機で1mm以下に粉碎し、赤外線吸収剤マスターバッチ（1）を得た。なお、このマスターバッチにおいて赤外線吸収剤はポリエステル樹脂中に完全に溶解していた。

該赤外線吸収剤マスターバッチ（1）を10.3部、前記ポリエステル樹脂を90部、フタロシアニンブルー（リオノールブルーES、東洋インキ製）を5部、電荷制御剤（ボントロンE82、オリエント化学工業製）を1部の割合からなるトナー組成物10kgをヘンシェルミキサーで充分混合した後、該トナー組成物を2軸押出機に連続フィードし熔融混練した。

このトナー組成物の熔融混練物を冷却後、粗粉碎し、さらにジェットミルで微粉碎した。得られた微粉碎物を風力分級機で分級し、平均粒子径8.7 $\mu$ mの青色粉体を得た。

この青色粉体100部に疎水性シリカR972（日本アエロジル製）0.4%を添加し、ヘンシェルミキサーで均一混合しトナー（1）を得た。

この様にして得られたトナー（1）に対し、以下のような方法によって定着性、画像上のカブリ、定着画像のボイドに関して評価を行った。得られた結果を表1に示す。

#### 実施例 2

スチレンーアクリル樹脂（TB-1000、三洋化成製）を100部、赤外線吸収剤（K a y a s o u b CY10（日本化薬製）を10部の割合の赤外線吸収剤マスターバッチ組成物10kgを、実施例1と同様に処理して赤外線吸収剤マスターバッチ（2）を得た。なお、このマスターバッチにおいて赤外線吸収剤はスチレンーアクリル樹脂中に完全に溶解していた。



該赤外線吸収剤マスターバッチ (2) を 11 部、前記スチレンアクリル樹脂を 70 部、スチレンアクリル樹脂 (ST-95、三洋化成製) を 20 部、赤色顔料 (ライオネルレッド CP-A、東洋インキ製) を 7 部、電荷制御剤 (ボントロン E84、オリエント化学工業製) を 1 部の割合のトナー組成物 10 kg を実施例 1 と同様にしてトナー (2) を得た。このトナーの平均粒子径は  $9.5 \mu\text{m}$  であった。

この様にして得られたトナー (2) に対し、以下のような方法によって定着性

画像上のカブリ、定着画像のボイドに関して評価を行った。得られた結果を表 1 に示す。

#### 実施例 3

実施例 2 において、赤外線吸収剤 Kayasoub CY10 10 部を、ビス (1, 2-ジフェニレセン-1, 2-ジチオール) ニッケル 35 部とし、実施例 1 と同じ装置を用いて熔融混練して赤外線吸収剤を  $0.5 \mu\text{m}$  以下の大きさに分散させた赤外線吸収剤マスターバッチ (3) を得た。

なお、赤外線吸収剤の分散粒子径は、赤外線吸収剤マスターバッチをトルエンに溶解させ溶液中の赤外線吸収剤の粒子径を光学顕微鏡で確認したものである。

実施例 2 において、赤外線吸収剤マスターバッチ (2) 11 部に代えて、上記で調製した赤外線吸収剤マスターバッチ (3) 13.5 部を配合する以外は、実施例 2 と同様にしてトナー (3) を得た。このトナーの平均粒子径は  $8.8 \mu\text{m}$  であった。

この様にして得られたトナー (3) に対し、以下のような方法によって定着性、画像上のカブリ、定着画像のボイドに関して評価を行った。得られた結果を表 1 に示す。

#### 実施例 4

実施例 1 において、赤外線吸収剤オクタキス (アニリノ) -オクタキス (フェニルチオ) バナジルフタロシアニン 3 部を、オクタキス (アニリノ) オクタフルオロバナジルフタロシアニン 25 部とする以外は、実施例 1 と同様にして赤外線

吸収剤マスターバッチ (4) を得た。なお、このマスターバッチにおいて赤外線吸収剤はポリエステル樹脂中にかなり溶解しており、未溶解な部分も認められるがその粒子径は  $0.3 \mu\text{m}$  以下であった。

そして実施例 1 において、赤外線吸収剤マスターバッチ (1) 10.3 部に代えて、上記で調製した赤外線吸収剤マスターバッチ (4) 2.5 部を配合する以外は、実施例 1 と同様にしてトナー (4) を得た。このトナーの平均粒子径は 6

$0 \mu\text{m}$  であった。

この様にして得られたトナー (2) に対し、以下のような方法によって定着性、画像上のカブリ、定着画像のボイドに関して評価を行った。得られた結果を表 1 に示す。

#### 実施例 5

スチレン 85 部、*n*-ブチルアクリレート 15 部に、赤外線吸収剤 (オクタキス (アニリノ) -オクタキス (フェニルチオ) バナジルフタロシアン) 5 部、2, 2'-アゾビスブチロニトリル (ABNR、日本ヒドラジン工業製) 1 部を均一溶解した重合性単量体組成物を、ポリビニルアルコール (PVA 205、クラレ (株) 製) 10 部を溶解した水 800 部に添加し、櫛型羽根で攪拌しながら窒素雰囲気下  $75^{\circ}\text{C}$  で 8 時間懸濁重合を行った。

得られた赤外線吸収剤を含有する樹脂ビーズを重合液から分離し充分洗浄した後、 $50^{\circ}\text{C}$  の熱風乾燥機で乾燥し赤外線吸収剤マスターバッチ (5) を得た。なお、このマスターバッチにおいて赤外線吸収剤は樹脂マトリックス中に完全に溶解していた。

そして実施例 2 における赤外線吸収剤マスターバッチ (2) 11 部に代えて、上記で調製した赤外線吸収剤マスターバッチ (5) 4.4 部を配合する以外は、実施例 2 と同様にしてトナー (5) を得た。このトナーの平均粒子径は  $7.5 \mu\text{m}$  であった。

この様にして得られたトナー (5) に対し、以下のような方法によって定着性、画像上のカブリ、定着画像のボイドに関して評価を行った。得られた結果を表

1に示す。

#### 比較例1

マスターバッチは製造せず、ポリエステル樹脂（タフトンNE1110、花王製）を100部、赤外線吸収剤（オクタキス（アニリノ）ーオクタキス（フェニルチオ）バナジルフタロシアニン）を0.3部、フタロシアニンブルー（リオノールブルーES、東洋インキ製）を5部、電荷制御剤（ボントロンE82、オリエント化学工業製）を1部の割合からなるトナー組成物10kgを用いて、実施例1におけるトナー組成物よりトナーを製造する製造手順と同様にして比較用トナー（C1）を得た。このトナーの平均粒子径は $9.0\mu\text{m}$ であった。

この様にして得られた比較用トナー（C1）に対し、以下のような方法によって定着性、画像上のカブリ、定着画像のボイドに関して評価を行った。得られた結果を表1に示す。

#### 比較例2

スチレンアクリル樹脂（TB-1000、三洋化成製）を80部、スチレンアクリル樹脂（ST-95、三洋化成製）を20部、赤外線吸収剤（Kayasoub CY10、日本化薬製）を1部、赤色顔料（ライオネルレッドCP-A、東洋インキ製）を7部、電荷制御剤（ボントロンE84、オリエント化学工業製）を1部の割合からなるトナー組成物10kgを用いて実施例1におけるトナー組成物よりトナーを製造する製造手順と同様にして比較用トナー（C2）を得た。このトナーの平均粒子径は $9.3\mu\text{m}$ であった。

この様にして得られた比較用トナー（C2）に対し、以下のような方法によって定着性、画像上のカブリ、定着画像ボイドに関して評価を行った。得られた結果を表1に示す。

#### 比較例3

比較例2において、赤外線吸収剤Kayasoub CY10 1部に代えて、ビス（1, 2-ジフェニレセン-1, 2-ジチオール）ニッケル6.9部を用いる以外は、比較例2と同様にして比較用トナー（C3）を得た。このトナーの平均粒子径は $9.1\mu\text{m}$ であった。

この様にして得られた比較用トナー（C 3）に対し、以下のような方法によって定着性、画像上のカブリ、定着画像ボイドに関して評価を行った。得られた結果を表 1 に示す。

#### 参考例 1

実施例 2 において、赤外線吸収剤の配合量を 60 部とする以外は実施例 2 と同様にして参考用赤外線吸収剤マスターバッチ（R 1）を得た。なおこのマスターバッチにおいて赤外線吸収剤は樹脂マトリックス中にかなり溶解しているが、未溶解な部分が多く、その粒子としては粒径が 1  $\mu$ m 以上の粗粒子が多く含まれていた。

そして実施例 2 において、赤外線吸収剤マスターバッチ（2） 11 部に代えて、上記で調製した参考用赤外線吸収剤マスターバッチ（R 1） 2.7 部を配合する以外は、実施例 2 と同様にして参考用トナー（R 1）を得た。このトナーの平均粒子径は 9.4  $\mu$ m であった。

この様にして得られた参考用トナー（R 1）に対し、以下のような方法によって定着性、画像上のカブリ、定着画像のボイドに関して評価を行った。得られた結果を表 1 に示す。

#### 評価方法

##### マスターバッチ中における赤外線吸収剤の状態

上記したように、各例においてマスターバッチ中における赤外線吸収剤の状態を観察したが、実施例 3 で用いた赤外線吸収剤以外の赤外線吸収剤は、溶剤に溶解するものであったため、実施例 3 以外の例においては、状態観察は、マスターバッチを熱圧プレスして厚さ 0.1 mm のフィルムとして光学顕微鏡を用いて行った。

##### 定着度試験

トナー 4 部、アクリル変性シリコン樹脂被覆キャリア 96 部からなる現像剤を、市販の複写機（レオドライ 7610、東芝製）にセットし、未定着画像を作成した後キセノンフラッシュランプを用いフラッシュ定着させた。

このフラッシュ定着画像を、スコッチメンディングテープ（3M 製）を用いた

テープ剥離試験に供し、テープ剥離後の画像残存率を定着度として評価した。

テープ剥離後の画像残存率は、テープ剥離前後の画像濃度を測定し次式により算出した。

定着度 (%)

$$= (\text{テープ剥離後の画像濃度} / \text{テープ剥離前の画像濃度}) \times 100$$

画像濃度は、マクベス反射濃度計RD514型 (A division kollmorgen Corp製) を用い測定した。

#### 画像上のカブリ

白地画像部のトナーカブリを倍率20倍のルーペを用いて観察し評価した。なお、評価は次の3段階の基準によった。

- トナーカブリなし。
- △ トナーカブリあるが問題ないレベル。
- × トナーカブリが多く問題

#### 定着画像のボイド評価

定着画像のベタ部のボイド（白抜け）を顕微鏡（倍率100倍）で観察し評価した。なお、評価は次の3段階の基準によった。

- ボイドの発生が認められない。
- △ ボイドが若干認められる。
- × ボイドが多く認められる。
- － 未定着で評価不可。

表1

	トナー	赤外線 吸収剤*	添加量 PHR	トナー粒子径 $\mu\text{m}$	定着度 %	かぶり	ぼけ
実施例 1	(1)	A	0.3	8.7	93	○	○
実施例 2	(2)	B	1.0	9.5	90	○	○
実施例 3	(3)	C	3.1	8.8	89	○	○
実施例 4	(4)	D	0.5	6.0	91	○	○
実施例 5	(5)	A	0.2	7.5	94	○	○
比較例 1	(C1)	A	0.3	9.0	56	△	△
比較例 2	(C2)	B	1.0	9.3	62	×	△
比較例 3	(C3)	C	6.0	9.1	66	×	×
参考例 1	(R1)	B	1.0	9.4	85	△	×

- \* A オクタキス (アリニノ) - オクタキス (フェニルチオ) バナジルフタロシアニン  $\lambda_{\text{max}}$  964 nm
- B Kayasoub CY10、日本化薬製  $\lambda_{\text{max}}$  799 nm
- C ビス (1, 2-ジフェニレセン-1, 2-ジチオール) ニッケル  
 $\lambda_{\text{max}}$  869 nm
- D オクタキス (アリニノ) オクタフルオロバナジルフタロシアニン  
 $\lambda_{\text{max}}$  890 nm

#### 産業上の利用可能性

以上述べたように本発明によれば、フラッシュ定着トナーを製造するにおいて、添加される赤外線吸収剤の3～50倍の濃度の赤外線吸収剤を含むマスターバッチを用いるため、連続生産しても、トナー中の赤外線吸収剤の濃度が一定し、且つ赤外線吸収剤が微分散出来るため定着性、帯電性等の物性が安定したトナーが得られる。本発明に係るマスターバッチを使用すると赤外線吸収剤がトナー組成物に溶解または微細に分散しているのでボイドが生じ難いものである。さらに使用する赤外線吸収剤の使用量もトナー組成物に対してごく僅かな量で十分な効果を生じるものとなる。

## 【国際調査報告】

国際調査報告		国際出願番号 PCT/JP98/04075	
A. 発明の属する分野の分類 (国際特許分類 (IPC)) Int. Cl. G03G9/08			
B. 調査を行った分野 調査を行った最小限資料 (国際特許分類 (IPC)) Int. Cl. G03G9/08			
最小限資料以外の資料で調査を行った分野に含まれるもの 日本国実用新案公報 1926-1996 日本国公開実用新案公報 1971-1998 日本国登録実用新案公報 1994-1998 日本国実用新案登録公報 1996-1998			
国際調査で使用した電子データベース (データベースの名称、調査に使用した用語)			
C. 関連すると認められる文献			
引用文献の カテゴリー*	引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する 請求の範囲の番号	
Y	JP, 60-63546, A (富士通株式会社) 11. 4月19 85 (11. 04. 85) 第3頁左上欄第3行-右上欄12行 (フ ァミリーなし)	1-5	
Y	JP, 60-57857, A (富士通株式会社) 3. 4月. 19 85 (03. 04. 85) 第3頁左上欄10行-左下欄13行 (フ ァミリーなし)	1-5	
Y	JP, 63-295578, A (インペリアル・ケミカル・イン ダストリーズ・ビーエルシー) 1. 12月. 1988 (01. 1 2. 88) 特許請求の範囲第1項、第6頁4-9行&EP, 282 182, A&US, 4824948, A&DE, 3852051, C	1-5	
Y	JP, 3-72371, A (バンドー化学株式会社) 27. 3	1-5	
<input checked="" type="checkbox"/> C欄の続きにも文献が列挙されている。 <input type="checkbox"/> パテントファミリーに関する別紙を参照。			
* 引用文献のカテゴリー		の日の後に公表された文献	
「A」 特に関連のある文献ではなく、一般的技術水準を示すもの		「T」 国際出願日又は優先日後に公表された文献であって出願と矛盾するものではなく、発明の原理又は理論の理解のために引用するもの	
「E」 国際出願日前の出願または特許であるが、国際出願日以後に公表されたもの		「X」 特に関連のある文献であって、当該文献のみで発明の新規性又は進歩性がないと考えられるもの	
「L」 優先権主張に疑義を提起する文献又は他の文献の発行日若しくは他の特別な理由を確立するために引用する文献 (理由を付す)		「Y」 特に関連のある文献であって、当該文献と他の1以上の文献との、当業者にとって自明である組合せによって進歩性がないと考えられるもの	
「O」 口頭による開示、使用、展示等に言及する文献		「&」 同一パテントファミリー文献	
「P」 国際出願日前で、かつ優先権の主張の基礎となる出版			
国際調査を完了した日 07. 12. 98		国際調査報告の発送日 15.12.98	
国際調査機関の名称及びあて先 日本国特許庁 (ISA/JP) 郵便番号 100-8915 東京都千代田区霞が関三丁目4番3号		特許庁審査官 (権限のある職員) 井上彌一 電話番号 03-3581-1101 内線 3223	

## 国際調査報告

国際出願 号 PCT/JP98/04075

C (続き) . 関連すると認められる文献		
引用文献の カテゴリー*	引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する 請求の範囲の番号
Y	月. 1991 (27. 03. 91) 特許請求の範囲第2項&E P, 412494, A JP, 6-301232, A (シャープ株式会社) 28. 10 月. 1994 (28. 10. 94) 特許請求の範囲第1~3項 (フ ァミリーなし)	1-5



---

(注) この公表は、国際事務局 (W I P O) により国際公開された公報を基に作成したものである。

なおこの公表に係る日本語特許出願 (日本語実用新案登録出願) の国際公開の効果は、特許法第 1 8 4 条の 1 0 第 1 項 (実用新案法第 4 8 条の 1 3 第 2 項) により生ずるものであり、本掲載とは関係ありません。

